廃棄物処理基準等専門委員会	資料４－３
平成２３年８月１１日	

中央環境審議会水環境部会排水規制等専門委員会（第 10 回）　資料５

排出水等に係る１，４－ジオキサン及び塩化ビニルモノマーの検定方法について

１，４－ジオキサン及び塩化ビニルモノマーの検定方法について、排水規制及び地下浸透規制の項目追加の検討状況を踏まえ、他の揮発性有機化合物との同時分析の可能性も考慮し、その方法を検討したところ、以下の通りとすることが適当である。

１．検定方法について

（１）１，４－ジオキサンの検定方法

排出水及び特定地下浸透水に係る１，４－ジオキサンの検定方法については、１，４ジオキサンが公共用水域の水質汚濁に係る人の健康の保護に関する環境基準及び地下水の水質汚濁に係る環境基準に設定された際に規定された測定方法（「水質汚濁に係る環境基準について」（昭和 46 年 12 月 28 日環境庁告示 59 号（最終改正：平成 21 年 11 月 30 日（環境省告示 78 号））、以下「環境基準告示」という。）付表７及び「地下水の水質汚濁に係る環境基準について」（平成９年３月 13 日環境省告示第 10 号（最終改正：平成 21 年 11 月 30 日（環境省告示第 79 号））、以下「地下水環境基準告示」という。）別表に掲げる方法に加え、他の揮発性有機化合物との同時分析（揮発性の高い塩化ビニルモノマーを除く）が可能な別紙付表１第１及び第２に掲げる方法によることが適当である。

なお、別紙付表第１及び第２に掲げる方法については、環境基準告示別表１及び地下水環境基準告示別表の測定方法として追加する予定である。

（２）塩化ビニルモノマーの検定方法の追加

また、１，４－ジオキサンの検定方法の検討と併せ、「水質汚濁防止法に基づく排出水の排出、地下浸透水の浸透等の規制に係る項目追加等について（第１次報告）」（平成 23 年２月）（以下「第１次報告」という。）において地下浸透規制の項目として追加された塩化ビニルモノマーとの同時分析の可能性について検討したところ、塩化ビニルモノマーは揮発性の高さから、１，４－ジオキサンとの同時分析は困難であった。

しかしながら、検討過程において、塩化ビニルモノマーは、別紙付表２に掲げる方法によっても、第１次報告において示した測定方法と同程度の精度での検定が可能であり、また、１，４－ジオキサンを除く他の揮発性有機化合物との同時分析が可能であることから、この方法を特定地下浸透水に係る検定方法として追加することが適当である。

なお、この方法については、地下水環境基準告示別表の測定方法として追加する予定である。

表１　排出水及び特定地下浸透水に係る検定方法の概要

項　目	検　定　方　法
１，４－ジオキサン	・環境基準告示付表７及び地下水環境基準別表に掲げる方法 活性炭抽出－ガスクロマトグラフ質量分析法 ・別紙付表１第１に掲げる方法 パージ・トラップ－ガスクロマトグラフ質量分析法 ・別紙付表１第２に掲げる方法 ヘッドスペース－ガスクロマトグラフ質量分析法
塩化ビニルモノマー （特定地下浸透水に係る検定方法）	・地下水環境基準告示付表に掲げる方法 パージ・トラップ－ガスクロマトグラフ質量分析法 ・別紙付表２に掲げる方法 ヘッドスペース－ガスクロマトグラフ質量分析法

※下線が、今回新規又は追加する方法。

２．検定方法の検討概要

環境省では、パブリックコメント等において採用の要望が多かったパージ・トラップ－ガスクロマトグラフ質量分析法（１，４－ジオキサン）及びヘッドスペース－ガスクロマトグラフ質量分析法（１，４－ジオキサン及び塩化ビニルモノマー）について、平成２１～２２年度に有識者からなる検討会を設置し、検定方法等公定法への適用可否について検討を行った。

本検討会では、これらの測定方法について、複数の分析機関による精度確認試験の結果を踏まえ、公定法への適用の可否について検討を行ったものであり、概要は以下のとおり。

（１）精度確認試験について

①　試験概要

精度確認試験は、ミネラルウォーター及び人工海水の２媒体に、１，４－ジオキサン、塩化ビニルモノマー及びその他の揮発性有機化合物を表２の組合せで、各物質を環境基準値又は要監視項目の指針値の濃度及びその 1/10 の濃度に調整した試料について測定を行い、両方法の精度確認を行った（表２）。

表２　精度確認試験の試料

測定方法	試料の物質組合せ			結果
	1,4-ジオキサン	塩化ビニルモノマー	その他の揮発性有機化合物	
パージ･トラップ－ガスクロマトグラフ質量分析法	○		○	○
	○	○	○	△
ヘッドスペース－ガスクロマトグラフ質量分析法	○		○	○
		○	○	○
	○	○	○	△

② 試験結果

○ パージ・トラップ－ガスクロマトグラフ質量分析法及びヘッドスペース－ガスクロマトグラフ質量分析法で測定を行った、１，４－ジオキサン及びその他の揮発性有機化合物（塩化ビニルモノマー除く）の組合せの試料については、両方法ともに概ね良好な測定結果が得られた（定量下限値、回収率、繰り返し変動係数、室間精度）。

○ ヘッドスペース－ガスクロマトグラフ質量分析法で測定を行った、塩化ビニルモノマー及びその他の揮発性有機化合物（１，４－ジオキサン除く）の組合せの試料については、概ね良好な測定結果が得られた。

○ パージ・トラップ－ガスクロマトグラフ質量分析法及びヘッドスペース－ガスクロマトグラフ質量分析法で測定を行った、１，４－ジオキサン及び塩化ビニルモノマー、その他の揮発性有機化合物の組合せの試料については、両方法とも、１，４－ジオキサンのクロマトグラムのピーク形状が悪く、測定結果にバラツキがみられた（表３：パージ・トラップ－ガスクロマトグラフ質量分析法による分析結果）。

（２）検討会における結論

① １，４－ジオキサンの検定方法について

○ パージ・トラップ－ガスクロマトグラフ質量分析法、ヘッドスペース－ガスクロマトグラフ質量分析法の両方法とも、１，４－ジオキサンの公定法としての適用が可能と判断された。

○ 両方法による、１，４－ジオキサンと他の揮発性有機化合物との同時分析については、

・塩化ビニルモノマーを含めた同時分析については、現時点においては、両方法とも公定法としての適用は困難

・塩化ビニルモノマーを除く他の揮発性有機化合物との同時分析については、１，４－ジオキサンの検出感度が充分に得られるように装置条件を最適化すれば、両方法とも公定法としての適用が可能

と判断された。

（理由）塩化ビニルモノマーは揮発性が高いが、１，４－ジオキサンは水に混和し、揮発性が低いという性質から、両物質の測定について、安定したデータを得るための最適な装置条件の設定が困難（パージ・トラップ－ガスクロマトグラフ質量分析法の場合であれば、１，４－ジオキサンの検出感度を上げるためパージ時間を長くすると塩化ビニルモノマーがトラップ管から破過するため、塩化ビニルモノマーの検出感度が下がるなど。）。

② 塩化ビニルモノマーの検定方法について

○ ヘッドスペースーガスクロマトグラフ質量分析法は、塩化ビニルモノマーの公定法として適用が可能と判断された。

○ 当該方法による、塩化ビニルモノマーと他の揮発性有機化合物との同時分析については、１，４－ジオキサンを除く他の揮発性有機化合物との同時分析は、公定法としての適用が可能と判断された。

表３　精度確認試験結果（１，４－ジオキサンのパージトラップGC/MSによる分析結果）

①１，４－ジオキサン及びその他揮発性有機化合物（塩化ビニルモノマー除く）の同時分析

検出下限値（mg/L）	0.00051
定量下限値（mg/L）	0.0012
基準値等の1/10（mg/L）	0.005

※平成21年度に、分析機関１機関において実施した精度確認試験結果。

		ミネラルウォーター（mg/L）		【人工海水（mg/L）】	
調製濃度		0.05（＝基準値等）	0.005（＝基準値等の 1/10 ）	0.05（ ＝ 基準値等）	0.005（ ＝ 基準値等の 1/10 ）
分析機関内	１回目	0.0492	0.00515	0.0494	0.00478
	２回目	0.0510	0.00513	0.0499	0.00500
	３回目	0.0518	0.00508	0.0502	0.00506
	４回目	0.0516	0.00505	0.0510	0.00492
	５回目	0.0500	0.00495	0.0515	0.00505
	６回目	0.0507	0.00500	－	－
	平均値	0.0507	0.00506	0.0504	0.00496
	標準偏差	0.00098	0.000076	0.00085	0.00012
	回収率（%）	101.4	101.2	100.8	99.2
	繰り返し変動係数（%）	1.9	1.5	1.7	2.3

②１，４－ジオキサン及び塩化ビニルモノマー、その他揮発性有機化合物の同時分析

分析機関	A機関	B機関	C機関
検出下限値（mg/L）	0.00046	0.00140	0.00054
定量下限値（mg/L）	0.00118	0.00382	0.00179
基準値等の1/10（mg/L）	0.005		

※平成22年度に、分析機関３機関において実施した精度確認試験結果。

		ミネラルウォーター（mg/L）						人工海水（mg/L）					
調製濃度		0.05（ ＝ 基準値等）			0.005（ ＝ 基準値等の 1/10 ）			0.05（ ＝ 基準値等）			0.005（ ＝ 基準値等の 1/10 ）		
分析機関		A機関	B機関	C機関	A機関	B機関	C機関	A機関	B機関	C機関	A機関	B機関	C機関
分析機関内	１回目	0.0689	0.0758	0.0611	0.00620	0.00571	0.00552	0.0716	0.0712	0.0561	0.00683	0.00587	0.00560
	２回目	0.0644	0.0718	0.0609	0.00638	0.00590	0.00566	0.0655	0.0670	0.0566	0.00684	0.00574	0.00530
	３回目	0.0683	0.0821	0.0626	0.00631	0.00581	0.00548	0.0658	0.0714	0.0564	0.00681	0.00578	0.00544
	平均値	0.0672	0.0766	0.0615	0.00630	0.00581	0.00555	0.0676	0.0699	0.0564	0.00683	0.00580	0.00545
	標準偏差	0.00244	0.00519	0.000929	0.0000907	0.0000950	0.0000945	0.00344	0.00248	0.000252	0.0000153	0.0000666	0.000150
	回収率（%）	134.4	153.1	123.1	125.9	116.1	111.1	135.3	139.7	112.7	136.5	115.9	108.9
	繰り返し変動係数（%）	3.6	6.8	1.5	1.4	1.6	1.7	5.1	3.6	0.4	0.2	1.1	2.8
分析機関間	平均値	0.0684			0.00589			0.0646			0.00602		
	標準偏差	0.00759			0.000378			0.00724			0.000717		
	室間精度（%）	11.1			6.4			11.2			11.9		

：バラツキの大きい箇所

平成２１～２２年度揮発性有機化合物に係る公定分析法検討調査検討会
委員名簿

小泉　義彦　大阪府立公衆衛生研究所　主任研究員
小森　行也　土木研究所　水環境研究グループ水質チーム　総括主任研究員
佐々木裕子　明治薬科大学　客員研究員
柴田　康行　国立環境研究所化学環境研究領域　領域長
田尾　博明　産業技術総合研究所環境管理技術研究部門　部門長
西村　哲治　国立医薬品食品衛生研究所生活衛生化学部　部長
福嶋　　実　愛媛大学農学部　客員教授
○森田　昌敏　愛媛大学農学部附属環境先端技術センター　センター長
吉永　　淳　東京大学大学院新領域創成科学研究科　環境学研究系　准教授
（敬称略、五十音順、○印は座長）

検討会開催実績

（平成２１年度）
第１回：平成２２年　１月１２日
第２回：平成２２年　３月　２日

（平成２２年度）
第１回：平成２２年１１月２６日
第２回：平成２３年　２月２２日

（別紙）

１，４－ジオキサン及び塩化ビニルモノマーに係る
パージ・トラップ法及びヘッドスペース法による検定方法（案）

付表１　１，４－ジオキサンの測定方法
第１　パージ・トラップ-ガスクロマトグラフ質量分析法

１　試薬

(1)　水

日本工業規格K0557 に規定するＡ３又はＡ４のもの（Ａ４の水の方が望ましい）（注１）

(2)　メタノール

日本工業規格K8891 に定めるもの（注２）

(3)　１，４－ジオキサン

日本工業規格K8461 に定めるもの

(4)　１，４－ジオキサン標準原液（１ｇ／Ｌ）

１，４－ジオキサン標準物質 100mg を全量フラスコ 100ml に採り、メタノールを標線まで加えたもの（注３）（注４）

(5)　１，４－ジオキサン標準液（100mg／Ｌ）

１，４－ジオキサン標準原液 10ml を全量フラスコ 100ml に採り、メタノールを標線まで加えたもの（注３）

(6)　内標準原液（100μg／ml）

１，４－ジオキサン－ｄ８標準品 100mg を全量フラスコ 100ml に採り、メタノールを標線まで加えたもの（注３）（注４）

(7)　内標準液（１μg／ml）

メタノールを 50～90ml 程度入れた 100ml 全量フラスコに、内標準原液１ml を採り、メタノールで 100 ml としたもの（注３）（注５）

（注１）　同等な品質に精製が必要な場合には、水１～３Ｌを三角フラスコに採り、これを強く加熱して煮沸し、液量が約１／３になるまで続け、直ちに環境からの汚染がない場所に放置して冷却する（加熱が弱いと十分に揮発性有機化合物を除去することができない。）。また、市販の揮発性有機化合物試験用の水、ミネラルウォーター等を用いてもよい。その場合、使用前に空試験を行い、使用の適否を確認する。

（注２）　水質試験用、トリハロメタン測定用等を用いてもよい。その場合、使用前に空試験を行い、使用の適否を確認する。

（注３）　暗所-20℃以下で保存する。

（注４）　濃度保証された市販の分析用標準液等を用いてもよい。

（注５）　使用時に調製する。ただし、調製した標準品を直ちに冷却し、氷水等を用いた冷却条件下でアンプルに移し、溶封して冷暗所に保存すれば１か月は保存できる。それ以上の期間を経過したものは純度を確認してから使用する。

2　器具及び装置

(1)　試料容器

40～250ml のガラス製容器でねじぶた付のもの（あらかじめ規格 K0557 に規定する A２又は A３の水で洗浄した後、105±２℃で約３時間加熱し、デシケーター中で放冷する。放冷後、キャップを堅く締め、汚染のない場所に保管する。ねじぶたは四ふっ化エテン樹脂フィルム又は同等の品質のもので内貼り（注６）したものを用いる。）

(2)　パージ・トラップ装置（注７）（注８）

(a)　パージ容器

0.5～25ml の試料を注入できるガラス容器又はそれに試料導入部をもつもの(あらかじめ規格 K0557 に規定する A２又は A３の水で洗浄した後、105±２℃で約３時間加熱し、デシケーター中で放冷する。）

(b)　パージ容器恒温装置

パージ容器を室温＋５～60 ℃の一定温度に保持できるもの

(c)　トラップ用管

内径 0.5～5mm、長さ 50～305mm の石英ガラス管、ステンレス鋼製管又は内面を不活性処理したステンレス鋼製のもの

(d)　トラップ管充てん剤

２，６－ジフェニル－１，４－ジフェノキシドポリマー（粒径 177～250μm 又は 250～500μm）、又は活性炭（粒径 250～500μm）又はこれらと同等の性能を持つもの（注９）を含むもの

(e)　トラップ管

トラップ管充てん剤をトラップ用管に充てん（注 10）したもの（使用に先立ってヘリウムを毎分 20～90ml で流しながら、トラップ管の再生温度で 30～60 分間加熱する（注 11））。

(f)　トラップ管加熱装置

パージ時にトラップ管を室温＋５～40℃に保ち、さらにトラップ管に捕集した揮発性有機化合物の加熱脱着のために１分間以内に約 180～280℃まで加熱でき、約４分間以上脱着温度を保つことができるもの

(g)　パージガス

ヘリウム（純度 99.9999 vol％以上）又は窒素（日本工業規格Ｋ1107 に規定する高純度窒素１級）（注 12）であって、流量を毎分 20～60ml の範囲で一定に調節したもの

(h)　冷却凝縮装置（注 13）

内面に不活性処理を施した内径 0.53mm のステンレス管や、内径 0.32～0.53mm の石英ガラス管又はキャピラリーカラム等で、凝縮時に－30 ℃以下に冷却ができ、かつ、脱着時には１分間以内にカラム槽の温度まで又は 200 ℃程度に加熱できるもの

(3)　ガスクロマトグラフ質量分析計（注 14）

(a)　ガスクロマトグラフ

（ア）キャピラリーカラム（注 15）

内径 0.2～0.32mm、長さ 25m～120m の石英ガラス製、硬質ガラス製又は内面を不活性処理したステンレス鋼製のものであって、内面にフェニルメチルポリシロキサン又はジメチルポリシロキサンを0.1～３μmの厚さで被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するもの

（イ）キャリヤーガス

ヘリウム（純度 99.9999 vol％以上）（注 12）であって、線速度を毎秒 20～40cm としたもの

（ウ）カラム槽温度

35～230℃で 0.5℃以内の温度調節の精度があり、昇温が可能なもの（例えば、40℃に約１分間保ち、毎分２～10℃で 230℃まで昇温を行うことができるもの）

（エ）インターフェース部

温度を 150～280℃に保つことができるもの

(b)　質量分析計

（ア）検出器

電子衝撃イオン化（ＥＩ法）が可能で、選択イオン検出法又はこれと同等の分析性能を有する方法でクロマトグラム測定が可能なもの

（イ）イオン源

温度を 150～250℃に保つことができるもの

（注６）四ふっ化エテン樹脂フィルムは厚さ 50μｍ程度のものを使用する。

（注７）あらかじめ装置の取扱説明書等に従って洗浄し、試験操作に支障がないことを確認する。

（注８）パージ・トラップ装置の最適条件は、吸着剤の種類や使用量等によって異なるので、十分な回収が得られる条件をあらかじめ求めておく。パージ条件はトラップ管の破過容量を超えないよう注意する。

（注９）２，６－ジフェニル－１，４－ジフェノキシドポリマーは、ＴｅｎａｘＴＡ等の名称で市販されている。

（注 10）通常は２，６－ジフェニル－１，４－ジフェノキシドポリマーを単独で用いることもあるが、活性炭又は活性炭及びシリカゲルを併せて用いてもよい。この場合、あらかじめ対象とする揮発性有機化合物が定量的に吸着、脱着されることを確認しておく。活性炭やシリカゲルを用いた場合には水分除去の操作を必ず行う。

（注 11）トラップ管は、この他に試料の測定ごとに、再生温度（約 180～280℃）でヘリウムの流量を毎分 20～90ml として、10 分間程度通気する。

（注 12）パージガスやキャリヤーガスから対象とする物質が検出された場合は、モレキュラーシーブ等を充てんした精製管で精製する必要がある。

（注 13）クライオフォーカス装置ともいう。検出ピークを鋭くするためにトラップ管の後段に位置し、トラップ管で加熱脱着した揮発性有機化合物の吸着帯を狭める装置であるが、この装置を用いないで検出ピーク幅を狭める機能を備えているスプリット導入装置等もある。冷却凝縮装置を使用する場合は、あらかじめ各成分のピーク形状や再現性について確認する。

（注 14）用いるガスクロマトグラフ質量分析計やカラムにより最適な条件を設定する。例えば、内標準物質又は揮発性有機化合物を用いて、４に準じて操作をし、0.1μｇ／Ｌが定量できる感度に調節しておく。内標準物質として、１，４－ジオキサン－ｄ８を用いる場合は５μｇ／Ｌが定量できる感度に調節しておく。

（注 15）用いるカラムとしては、この他に内径 0.53mm 以上（例えば、内径が 0.53～0.75mm、長さ 30～120m）のものも使用できる。

3　試料の採取及び保存

試料容器を採取試料で数回共洗いしてから、試料を泡立てないように静かに採取容器に移し入れ、気泡が残らないように満たして密栓する。試料を運搬する場合には、汚染のない運搬用容器を用いて遮光及び冷蔵する。試験は試料採取後直ちに行う。直ちに行えない場合には、４℃以下の暗所で凍結させないで保存し、できるだけ早く試験する（注 16）。

（注 16）試料の採取及び保存において、揮発性有機化合物は、揮散、揮発等によって濃度が変化するので注意が必要である。揮発性有機化合物の安定性は物質によって異なるが、試料中の揮発性有機化合物の濃度が低い場合は、試料を暗所で保存する場合でも、物質によっては揮発性有機化合物の濃度が急激に低下するものもある

4　試験操作

(1)　測定用試料の調製

試料の適量（0.5～25 ml の一定量、例えば５ml）を泡立てないようにパージ容器に全量ピペット等で静かに注入し、内標準液（１，４－ジオキサン－ｄ８）を加えて 20μg／Ｌとなるようにし、測定用試料とする（注 17）

(2)　空試験液の調製

試料と同量の水を用いて、(1)と同様に操作して得られる液を空試験液とする（注 18）

(3)　添加回収試験液の調製

パージ容器中の試料に１，４－ジオキサン標準液を加えて５～50μg／Ｌとし、さらに内標準液（１，４－ジオキサン－ｄ８）を加えて 20μg／Ｌとなるようにして得られる液を添加回収試験液とする（注 17）（注 19）

(4)　分析

(a)　パージ容器をパージ容器恒温装置に入れ、試料の温度を一定（例えば、40℃以下）にする。トラップ管の温度が室温程度であることを確認して、パージガスを一定量通気して対象物質を気相中に移動させてトラップ管に捕集する

(b)　トラップ管を加熱し対象物質を脱着させ、冷却凝縮装置に吸着（注 20）させる。次に、冷却凝縮装置を加熱（注 20）し、対象物質をガスクロマトグラフ質量分析計に導入する。

(c)　ガスクロマトグラフ質量分析では、あらかじめ設定した特有の質量数について選択イオン検出法又はこれと同様の方法によって測定を行い、そのクロマトグラムを記録する。特有の質量数の例として、１，４－ジオキサンでは 88、58、内標準（１，４－ジオキサン－ｄ８）では 96、64 がある（注 21）。

(d)　保持時間並びに定量用質量数及び確認用質量数のイオン強度比を確認し、該当するピーク面積を測定する。

(e)　１，４－ジオキサン及び内標準（１，４－ジオキサン－ｄ８）のピーク面積比並びに内標準（１，４－ジオキサン－ｄ８）の添加量から、あらかじめ５により作成した検量線を用いて、１，４－ジオキサンの量を求め、次式によって試料中の１，４－ジオキサンの濃度を計算する（注 22）。

濃度（μg／Ｌ）＝（（検出量（μg）－空試験液の検出量（μg））／試料量（Ｌ）

（注 17）装置によっては、パージ容器の代わりにバイアルを用いる。測定用試料をバイアル中で調製した場合は、バイアルをパージ・トラップ装置にセットし、パージ・トラップ装置の取扱説明書等に従って操作し、測定用試料の一部又は全量をパージ容器に移し入れる。

（注 18）空試験値については可能な限り低減化を図る。

（注 19） 試料中の対象物質濃度や試験操作条件に応じて適切な濃度範囲を決める。実試料を分析する前に添加回収試験を行い、１，４－ジオキサンの回収率が 70～120％であることを確認する。

（注 20）冷却凝縮装置を使用しない場合は、この操作は省略できる。

（注 21）特有の質量数はイオン強度が大きく、実試料で妨害のないものを設定する。ここで示した例を参考に、最適な質量数を２つ選定し、強度の大きいものを定量用、他方を確認用とする。

（注 22）１，４－ジオキサンは、その保持時間が加えた内標準（１，４－ジオキサン－ｄ８）と一致し、検量線作成時の保持時間に対して±５秒以内に出現し、かつ、定量イオンと確認イオンの強度比が検量線作成時の強度比の±20％以内であれば、測定試料中に存在しているとみなす。

５　検量線の作成

１，４－ジオキサン標準原液をメタノールで希釈し、0.25～250μg／ml の１，４－ジオキサン標準液を調製する。

４の(1)に従って、試料と同量の水に１，４－ジオキサン標準液を加えて５～50μg／Ｌとし、さらに内標準液（１，４－ジオキサン－ｄ８）を加えて 20μg／Ｌとなるようにする（注 19）。

これについて、試料と同様にパージ・トラップ－ガスクロマトグラフ質量分析計による測定を行い、１，４－ジオキサン及び内標準（１，４－ジオキサン－ｄ８）の含有量比及びピーク面積比による検量線を作成する。

備考

１　本法は日本工業規格Ｋ0125 の「5.1　パージ・トラップ－ガスクロマトグラフ質量分析法」に規定された方法に基づいており、ジクロロメタンやベンゼン等の揮発性有機化合物の標準物質及び必要な内標準物質（フルオロベンゼン、４－ブロモフルオロベンゼン等）を追加し、同時分析が可能である。ただし、揮発性の高い塩化ビニルは除く。

２　この測定方法の定量下限は５μg／Ｌである。

３　１，４－ジオキサンについて、装置の感度が十分得られない場合、パージ時間を長くする対応があるが、パージ時間を長くすることにより他の揮発性有機化合物がトラップ管から破過したり、トラップ管充てん剤が水分の影響を受けるおそれがあるので注意する。

４　ここで示す商品は、この測定法使用者の便宜のために、一般に入手できるものとして例示したが、これらを推奨するものではない。これと同等以上の品質、性能のものを用いてもよい。

５　この測定方法における用語の定義その他でこの測定方法に定めのない事項については、日本工業規格に定めるところによる。

第２　ヘッドスペース-ガスクロマトグラフ質量分析法

１　試薬

(1)　水

日本工業規格K0557に規定するＡ３又はＡ４のもの（Ａ４の水の方が望ましい）（注１）

(2)　塩化ナトリウム

日本工業規格K8150に定めるもの

(3)　メタノール

日本工業規格K8891に定めるもの（注２）

(4)　１，４－ジオキサン

日本工業規格K8461に定めるもの

(5)　１，４－ジオキサン標準原液（１ｇ／Ｌ）

１，４－ジオキサン標準物質100mgを全量フラスコ100mlに採り、メタノールを標線まで加えたもの（注３）（注４）

(6)　１，４－ジオキサン標準液（100mg／Ｌ）

１，４－ジオキサン標準原液10mlを全量フラスコ100mlに採り、メタノールを標線まで加えたもの（注３）

(7)　内標準原液（100μg／ml）

１，４－ジオキサン－ｄ８標準品100mgを全量フラスコ100mlに採り、メタノールを標線まで加えたもの（注３）（注４）

(8)　内標準液（１μg／ml）

メタノールを50～90ml程度入れた100ml全量フラスコに、内標準原液１mlを採り、メタノールで100 mlとしたもの（注３）（注５）

（注１）　同等な品質に精製が必要な場合には、水１～３Ｌを三角フラスコに採り、これを強く加熱して煮沸し、液量が約１／３になるまで続け、直ちに環境からの汚染がない場所に放置して冷却する（加熱が弱いと十分に揮発性有機化合物を除去することができない。）。また、市販の揮発性有機化合物試験用の水、ミネラルウォーター等を用いてもよい。その場合、使用前に空試験を行い、使用の適否を確認する。

（注２）　水質試験用、トリハロメタン測定用等を用いてもよい。その場合、使用前に空試験を行い、使用の適否を確認する。

（注３）暗所-20℃以下で保存する。

（注４）濃度保証された市販の分析用標準液等を用いてもよい。

（注５）　使用時に調製する。ただし、調製した標準品を直ちに冷却し、氷水等を用いた冷却条件下でアンプルに移し、溶封して冷暗所に保存すれば１か月は保存できる。それ以上の期間を経過したものは純度を確認してから使用する。

２　器具及び装置

(1)　試料容器

40～250mlのガラス製容器でねじぶた付のもの（あらかじめ規格K0557に規定するA２又はA３の水で洗浄した後、105±２℃で約３時間加熱し、デシケーター中で放冷する。放冷後、キャップを堅く締め、汚染のない場所に保管する。ねじぶたは四ふっ化エテン樹脂フィルム又は同等の品質のもので内貼り（注６）したものを用いる。）

(2)　ヘッドスペース装置（注７）（注８）

(a)　バイアル

ガラス製で試料 10～100ml を入れたとき、15～60%の空間が残る、同形で同じ容量のもの。バイアル用ゴム栓で密栓でき、加熱しても気密性が保てるもの。使用前に水で洗浄した後、105±２℃で約３時間加熱し、デシケーター中で放冷する。

(b)　バイアル用ゴム栓（注９）

バイアルを密栓できるもの

(c)　四ふっ化エテン樹脂フィルム

厚さ 50μm程度（注 10）の四ふっ化エテン樹脂フィルム又は同等の性能をもつもので、バイアル用ゴム栓とバイアルの間に挿入した場合に試料とバイアル用ゴム栓が接触しない大きさのもの

(d)　アルミニウムキャップ

バイアルとバイアル用ゴム栓を固定できるもの

(e)　アルミニウムキャップ締め器

アルミニウムキャップをバイアルに締めて固定できるもの

(f)　恒温槽

25～70℃の範囲で、設定温度に対して±0.5℃に調整でき、30～120 分間の一定時間保持できるもの

(g)　ガスタイトシリンジ（注 11）

容量 20～5000μl の適当な容量のもので、気密性の高いもの

(3)　ガスクロマトグラフ質量分析計（注 12）

(a)　ガスクロマトグラフ

（ア）　キャピラリーカラム（注 13）

内径 0.2～0.32mm、長さ 25m～120m の石英ガラス製、硬質ガラス製又は内面を不活性処理したステンレス鋼製のものであって、内面にフェニルメチルポリシロキサン又はジメチルポリシロキサンを 0.1～３μm の厚さで被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するもの

（イ）　キャリアーガス

ヘリウム（純度 99.9999vol%以上）であって、線速度を毎秒 20～40cm としたもの

（ウ）　カラム槽昇温プログラム

35～230℃で 0.5℃以内の温度調節の精度があり、昇温が可能なもの（例えば、40℃に約１分間保ち、毎分２～10℃で 230℃まで昇温を行うことができるもの）

（エ）　インターフェース部

温度を 150～280℃に保つことができるもの

（オ）　試料導入方法

スプリット方式、スプリットレス方式又は全量導入方式による（注 14）

（カ）試料導入部温度

温度を 150～250℃に保つことができるもの

(b)　質量分析計

（ア）　検出器

電子衝撃イオン化（EI 法）が可能で、選択イオン検出法又はこれと同等の分析性能を有する方法でクロマトグラム測定が可能なもの

（イ） イオン源

温度を 150～250℃に保つことができるもの

（注６）四ふっ化エテン樹脂フィルムは厚さ 50μｍ程度のものを使用する。

（注７）あらかじめ装置の取扱説明書等に従って洗浄し、試験操作に支障がないことを確認する。

（注８）ヘッドスペース装置の最適条件は、吸着剤の種類や使用量等によって異なるので、十分な回収が得られる条件をあらかじめ求めておく。

（注９）材質はシリコーン製のもので、凹凸のない平面のものが使用しやすい。

（注 10）厚さが 50μｍ程度でないと、長時間では揮散する場合がある。

（注 11）ヘッドスペースからの試料の採取とキャピラリーカラムへの導入は、自動注入法としてシリンジ方式、ループ方式及び圧力バランス方式がある。また、トラップ機能を有する装置の場合、トラップ管による導入も可能である。その場合は、トラップ管の破過容量を超えないように注意する。

（注 12）用いるガスクロマトグラフ質量分析計やカラムにより最適な条件を設定する。例えば、内標準物質又は揮発性有機化合物を用いて、４に準じて操作をし、0.2μｇ／Ｌが定量できる感度に調節しておく。内標準物質として、１，４－ジオキサン－ｄ８を用いる場合は５μｇ／Ｌが定量できる感度に調節しておく。

（注 13）用いるカラムとしては、この他に内径 0.53mm 以上（例えば、内径が 0.53～0.75mm、長さ 30～120m）のものも使用できる。

（注 14）導入試料量が多い場合には、スプリット方式がよい。

３　試料の採取及び保存

試料容器を採取試料で数回共洗いしてから、試料を泡立てないように静かに採取容器に移し入れ、気泡が残らないように満たして密栓する。試料を運搬する場合には、汚染のない運搬用容器を用いて遮光及び冷蔵する。試験は試料採取後直ちに行う。直ちに行えない場合には、４℃以下の暗所で凍結させないで保存し、できるだけ早く試験する（注 15）。

（注 15）試料の採取及び保存において、揮発性有機化合物は、揮散、揮発等によって濃度が変化するので注意が必要である。揮発性有機化合物の安定性は物質によって異なるが、試料中の揮発性有機化合物の濃度が低い場合は、試料を暗所で保存する場合でも、物質によっては揮発性有機化合物の濃度が急激に低下するものもある。

４　試験操作

(1)　測定用試料の調製

(a)　バイアルに塩化ナトリウム（注 16）を試料 10ml につき３ｇを加える。

(b)　試料の適量（10～100ml の一定量、例えば 10ml）（注 17）を泡立てないようにバイアルに全量ピペット等で静かに注入し、内標準液（１，４－ジオキサン－ｄ８）を加えて 20μｇ／Ｌとなるようにし、測定用試料とする。

(c)　直ちに四ふっ化エテン樹脂フィルムを載せ、バイアル用ゴム栓をし、その上からアルミニウムキャップを載せ、アルミニウムキャップ締め器でバイアルとバイアル用ゴム栓を固定する。

(d)　バイアルを塩化ナトリウムが溶けるまで振り混ぜた後、25～70℃の範囲で設定した温度に対し±0.5℃に調節した恒温槽で、30～120 分間の一定時間静置する。

(2)　空試験液の調製

試料と同量の水を用いて、(1)と同様に操作して得られる液を空試験液とする（注 18）。

(3)　添加回収試験液の調製

バイアル中の試料に１，４－ジオキサン標準液を加えて５～50μg／Ｌとし、さらに内標準液（１，４－ジオキサン－ｄ８）を加えて 20μg／Ｌとなるようにして得られる液を添加回収試験液とする（注 17）（注 19）。

(4)　分析

(a)　バイアル用ゴム栓を通して、ガスタイトシリンジ（注 20）を用いて気相の一定量をとり、直ちに２(3)(a)（オ）の試料導入方法によってガスクロマトグラフ質量分析計に注入する。

(b)　ガスクロマトグラフ質量分析では、あらかじめ設定した特有の質量数について選択イオン検出法又はこれと同等の方法によって測定を行い、そのクロマトグラムを記録する。特有の質量数の例として、１，４－ジオキサンでは 88、58、内標準（１，４－ジオキサン－ｄ８）では、96、64 がある（注 21）。

(c)　保持時間並びに定量用質量数及び確認用質量数のイオン強度比を確認し、該当するピーク面積を測定する。

(d)　１，４－ジオキサン及び内標準（１，４－ジオキサン－ｄ８）のピーク面積比並びに内標準（１，４－ジオキサン－ｄ８）の添加量から、あらかじめ５により作成した検量線を用いて、１，４－ジオキサンの量を求め、次式によって試料中の１，４－ジオキサン濃度を計算する（注 22）。

濃度（μg／Ｌ）＝（検出量（μg）－空試験液の検出量（μg））／試料量（Ｌ）

(注 16)塩化ナトリウムの添加は、試料の塩類濃度の違いによる測定値の変動を防ぐとともに、塩析効果による感度増加を考慮したものである。なお、試料採取量を変えた場合は、採取量に応じて塩化ナトリウムの添加量を増減させるとよい。

(注 17)　バイアル中の気相の割合が 15～60％になるように試料又は水を採取する。

(注 18) 空試験値については可能な限り低減化を図る。

(注 19) 試料中の対象物質濃度や試験操作条件に応じて適切な濃度範囲を決める。実試料を分析する前に添加回収試験を行い、１，４－ジオキサンの回収率が 70～120％であることを確認する。

(注 20) 検量線作成に用いたものと同じものを用いる。ただし、恒温槽温度が 30℃以上の場合、バイアルの気相の試料採取時には、ガスタイトシリンジを同じ温度以上に保温する。

(注 21) 特有の質量数はイオン強度が大きく、実試料で妨害のないものを設定する。ここで示した例を参考に、最適な質量数を２つ選定し、強度の大きいものを定量用、他方を確認用とする。

(注 22) １，４－ジオキサンは、その保持時間が加えた内標準（１，４－ジオキサン－ｄ８）と一致し、検量線作成時の保持時間に対して±５秒以内に出現し、かつ、定量イオンと確認イオンの強度比が検量線作成時の強度比の±20％以内であれば、測定試料中に存在しているとみなす。

５　検量線の作成

１，４－ジオキサン標準原液をメタノールで希釈し、1～500 μg／ml の１，４－ジオキサン標準液を調製する。

４の(1)に従って、試料と同量の水に１，４－ジオキサン標準液を加えて５～50μg／Ｌとし、さらに内標準液（１，４－ジオキサン－ｄ８）を加えて 20μg／Ｌとなるようにする（注 19）。

これについて、試料と同様にヘッドスペースーガスクロマトグラフ質量分析計による測定を行い、１，４－ジオキサン及び内標準（１，４－ジオキサン－ｄ８）の含有量比及びピーク面積比による検量線を作成する。

備考

１　本法は日本工業規格Ｋ0125 の「5.2　ヘッドスペースーガスクロマトグラフ質量分析法」に規定された方法に基づいており、ジクロロメタンやベンゼン等の揮発性有機化合物の標準物質及び必要な内標準物質（フルオロベンゼン、４－ブロモフルオロベンゼン等）を追加し、同時分析が可能である。ただし、揮発性が高い塩化ビニルは除く。

２　この測定方法の１，４－ジオキサンの定量下限は５μg／Ｌである。

３　ここに示す商品は、この測定法使用者の便宜のために、一般に入手できるものとして例示したが、これらを推奨するものではない。これと同等以上の品質、性能のものを用いてもよい。

４　この測定方法における用語の定義その他でこの測定方法に定めのない事項については、日本工業規格に定めるところによる。

付表２　塩化ビニルモノマーの測定方法

1　試薬

(1)　水

日本工業規格K0557に規定するＡ３又はＡ４のもの（Ａ４の水の方が望ましい）（注１）

(2)　塩化ナトリウム

日本工業規格K8150に定めるもの

(3)　メタノール

日本工業規格K8891に定めるもの（注２）

(4)　塩化ビニル標準ガス

純度99%以上の塩化ビニルモノマーを含むもの

(5)　塩化ビニル標準原液（100 μg／ml）

5,000 μg の塩化ビニルを含む塩化ビニル標準ガスをガスタイトシリンジに採り、バイアル中のメタノール（あらかじめ65ml バイアル中にメタノール50ml を入れ、四ふっ化エテン樹脂フィルム、シリコーンゴム栓及びアルミシールで栓をし、氷水等を用いて冷却したもの）に溶解したもの（注３）（注４）

(6)　塩化ビニル標準液（１μg／ml）

メタノールを50～90ml 程度入れた100ｍl 全量フラスコに、塩化ビニル標準原液１ml を採り、メタノールで100ml としたもの

(7)　内標準原液（100μg／ml）

5,000 μg の塩化ビニルーｄ３を含む塩化ビニルーｄ３標準ガスをガスタイトシリンジに採り、バイアル中のメタノール（あらかじめ65ml バイアル中にメタノール50ml を入れ、四ふっ化エテン樹脂フィルム、シリコーンゴム栓及びアルミシールで栓をし、氷水等を用いて冷却したもの）に溶解したもの（注３）（注４）（注５）

(8)　内標準液（１μg／ml）

メタノールを50～90ml 程度入れた100ml 全量フラスコに、内標準原液１ml を採り、メタノールで100 ml としたもの

（注１）同等な品質に精製が必要な場合には、水１～３Ｌを三角フラスコに採り、これを強く加熱して煮沸し、液量が約１／３になるまで続け、直ちに環境からの汚染がない場所に放置して冷却する(加熱が弱いと十分に揮発性有機化合物を除去することができない。)。また、市販の揮発性有機化合物試験用の水、ミネラルウォーター等を用いてもよい。その場合、使用前に空試験を行い、使用の適否を確認する。

（注２）水質試験用、トリハロメタン測定用等を用いてもよい。その場合、使用前に空試験を行い、使用の適否を確認する。

（注３）濃度保証された市販の分析用標準液等を用いてもよい。

（注４）使用時に調製する。ただし、調製した標準品を直ちに冷却し、氷水等を用いた冷却条件下でアンプルに移し、溶封して冷暗所に保存すれば１～３か月は保存できる。それ以上の期間を経過したものは純度を確認してから使用する。

（注５）塩化ビニルは常温でガス状の物質であり、分析操作で揮散しやすく、測定上の妨害も受けやすいことから、安定同位体標識化合物（塩化ビニルーｄ３）を内標準物質として用いることとする。塩化ビニルーｄ３以外に適当な物質があれば内標準物質として用いてもよい。

2　器具及び装置

(1)　試料容器

40～250ml のガラス製容器でねじぶた付のもの（あらかじめ規格 K0557 に規定する A２又は A３の水で洗浄した後、105±２℃で約３時間加熱し、デシケーター中で放冷する。放冷後、キャップを堅く締め、汚染のない場所に保管する。ねじぶたは四ふっ化エテン樹脂フィルム又は同等の品質のもので内貼り（注６）したものを用いる。）

(2)　ヘッドスペース装置（注７）（注８）

(a)　バイアル

ガラス製で試料 10～100ml を入れたとき、15～60％の空間が残る、同形で同じ容量のもの。バイアル用ゴム栓で密栓でき、加熱しても気密性が保てるもの。使用前に水で洗浄した後、105±２℃で約３時間加熱し、デシケーター中で放冷する。

(b)　バイアル用ゴム栓（注９）

バイアルを密栓できるもの

(c)　四ふっ化エテン樹脂フィルム

厚さ 50μm程度（注 10）の四ふっ化エテン樹脂フィルム又は同等の性能をもつもので、バイアル用ゴム栓とバイアルの間に挿入した場合に試料とバイアル用ゴム栓が接触しない大きさのもの

(d)　アルミニウムキャップ

バイアルとバイアル用ゴム栓を固定できるもの

(e)　アルミニウムキャップ締め器

アルミニウムキャップをバイアルに締めて固定できるもの

(f)　恒温槽

25～70℃の範囲で、設定温度に対して±0.5℃に調整でき、30～120 分間の一定時間保持できるもの

(g)　ガスタイトシリンジ（注 11）

容量 20～5000μl の適当な容量のもので、気密性の高いもの

(3)　ガスクロマトグラフ質量分析計（注 12）

(a)　ガスクロマトグラフ

（ア）キャピラリーカラム（注 13）

内径 0.2～0.32mm、長さ 25m～120m の石英ガラス製、硬質ガラス製又は内面を不活性処理したステンレス鋼製のものであって、内面にフェニルメチルポリシロキサン又はジメチルポリシロキサンを0.1～３μmの厚さで被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するもの。

（イ）キャリヤーガス

ヘリウム（純度 99.9999 vol％以上）（注 14）であって、線速度を毎秒 20～40cm としたもの

（ウ）カラム槽温度

35～230℃で 0.5℃以内の温度調節の精度があり、昇温が可能なもの（例えば、40℃に約１分間保ち、毎分２～10℃で 230℃まで昇温を行うことができるもの）

（エ）　インターフェース部

温度を 150～280℃に保つことができるもの

（オ）　試料導入方法

スプリット方式、スプリットレス方式又は全量導入方式による（注 15）

（カ）試料導入部温度

温度を 150～250℃に保つことができるもの

(b)　質量分析計

（ア）検出器

電子衝撃イオン化（ＥＩ法）が可能で、選択イオン検出法又はこれと同等の分析性能を有する方法でクロマトグラム測定が可能なもの

（イ）イオン源

温度を 150～250℃に保つことができるもの

（注６）　四ふっ化エテン樹脂フィルムは厚さ 50μｍ程度のものを使用する。

（注７）あらかじめ装置の取扱説明書等に従って洗浄し、試験操作に支障がないことを確認する。

（注８）ヘッドスペース装置の最適条件は、吸着剤の種類や使用量等によって異なるので、十分な回収が得られる条件をあらかじめ求めておく。

（注９）材質はシリコーン製のもので、凹凸のない平面のものが使用しやすい。

（注 10）厚さが 50μｍ程度でないと、長時間では揮散する場合がある。

（注 11）ヘッドスペースからの試料の採取とキャピラリーカラムへの導入は、自動注入法としてシリンジ方式、ループ方式及び圧力バランス方式がある。また、トラップ機能を有する装置の場合、トラップ管による導入も可能である。その場合は、トラップ管の破過容量を超えないように注意する。

（注 12）用いるガスクロマトグラフ質量分析計やカラムにより最適な条件を設定する。例えば、内標準物質又は揮発性有機化合物を用いて、４に準じて操作をし、0.2μg/Ｌが定量できる感度に調節しておく。

（注 13）用いるカラムとしては、この他に内径 0.53㎜ 以上（例えば、内径が 0.53～0.75㎜、長さ 30～120m）のものも使用できる。

（注 14）パージガスやキャリヤーガスから対象とする物質が検出された場合は、モレキュラーシーブ等を充てんした精製管で精製する必要がある。

（注 15）導入試料量が多い場合には、スプリット方式がよい。

３　試料の採取及び保存

試料容器を採取試料で数回共洗いしてから、試料を泡立てないように静かに採取容器に移し入れ、気泡が残らないように満たして密栓する。試料を運搬する場合には、汚染のない運搬用容器を用いて遮光及び冷蔵する。試験は試料採取後直ちに行う。直ちに行えない場合には、４℃以下の暗所で凍結させないで保存し、できるだけ早く試験する（注 16）。

（注 16）試料の採取及び保存において、揮発性有機化合物は、揮散、揮発等によって濃度が変化するので注意が必要である。揮発性有機化合物の安定性は物質によって異なるが、試料中の揮発性有機化合物の濃度が低い場合は、試料を暗所で保存する場合でも、物質によっては揮発性有機化合物の濃度が急激に低下するものもある

4　試験操作

(1)　測定用試料の調製

(a)　バイアルに塩化ナトリウム（注 17）を試料 10ml につき３g を加える。

(b)　試料の適量（10～100ml の一定量、例えば 10ml）（注 18）を泡立てないようにバイアルに全量ピペット等で静かに注入し、内標準液（塩化ビニルーｄ３）を加えて４μg／Ｌとなるようにし、測定用試料とする。

(c)　直ちに四ふっ化エテン樹脂フィルムを載せ、バイアル用ゴム栓をし、その上からアルミニウムキャップを載せ、アルミニウムキャップ締め器でバイアルとバイアル用ゴム栓を固定する。

(d)　バイアルを塩化ナトリウムが溶けるまで振り混ぜた後、25～70℃の範囲で設定した温度に対し±0.5℃に調節した恒温槽で、30～120 分間の一定時間静置する。

(2)　空試験液の調製

試料と同量の水を用いて、(1)と同様に操作して得られる液を空試験液とする（注 19）。

(3)　添加回収試験液の調製

バイアル中の試料に塩化ビニル標準液を加えて 0.1～50μg／Ｌとし、さらに内標準液（塩化ビニルーｄ３）を加えて４μg／Ｌとなるようにして得られる液を添加回収試験液とする（注 18）（注 20）。

(4)　分析

(a)　バイアル用ゴム栓を通して、ガスタイトシリンジ（注 21）を用いて気相の一定量をとり、直ちに２(3)(a)（オ）の試料導入方法によってガスクロマトグラフ質量分析計に注入する。

(b)　ガスクロマトグラフ質量分析では、あらかじめ設定した特有の質量数について選択イオン検出法又はこれと同等の方法によって測定を行い、そのクロマトグラムを記録する。特有の質量数の例として、塩化ビニルでは 62、64、内標準（塩化ビニルーｄ３）では、65、67 がある（注 22）。

(c)　保持時間並びに定量用質量数及び確認用質量数のイオン強度比を確認し、該当するピーク面積を測定する。

(d)　塩化ビニル及び内標準（塩化ビニルーｄ３）のピーク面積比並びに内標準（塩化ビニルーｄ３）の添加量から、あらかじめ５により作成した検量線を用いて、塩化ビニルの量を求め、次式によって試料中の塩化ビニル濃度を計算する（注 24）。

濃度（μg／Ｌ）＝（検出量（μg）－空試験液の検出量（μg））／試料量（Ｌ）

（注 17）塩化ナトリウムの添加は、試料の塩類濃度の違いによる測定値の変動を防ぐとともに、塩析効果による感度増加を考慮したものである。なお、試料採取量を変えた場合は、採取量に応じて塩化ナトリウムの添加量を増減させるとよい。

（注 18）バイアル中の気相の割合が 15～60%になるように試料又は水を採取する。

（注 19）空試験値については可能な限り低減化を図る。

（注 20）試料中の対象物質濃度や試験操作条件に応じて適切な濃度範囲を決める。実試料を分析する前に添加回収試験を行い、塩化ビニルモノマーの回収率が 70～120%であることを確認する。

（注 21）検量線作成に用いたものと同じものを用いる。ただし、恒温槽温度が 30℃以上の場合、バイアルの気相の試料採取時には、ガスタイトシリンジを同じ温度以上に保温する。

（注 22）特有の質量数はイオン強度が大きく、実試料で妨害のないものを設定する。ここで示した例を参考に、最適な質量数を２つ選定し、強度の大きいものを定量用、他方を確認用とする。

（注 23）塩化ビニルは、その保持時間が加えた内標準（塩化ビニルーｄ３）と一致し、検量線作成時の保持時間に対して±５秒以内に出現し、かつ、定量イオンと確認イオンの強度比が検量線作成時の強度比の±20%以内であれば、測定試料中に存在しているとみなす。

５　検量線の作成

塩化ビニル標準原液をメタノールで希釈し、1～500 μg／ml の塩化ビニル標準液を調製する。

４の(1)に従って、試料と同量の水に塩化ビニル標準液を加えて 0.1～50μg／Ｌとし、さらに内標準液（塩化ビニルーｄ３）を加えて４μg／Ｌとなるようにする（注 20）。

これについて、試料と同様にヘッドスペースーガスクロマトグラフ質量分析計による測定を行い、塩化ビニル及び内標準（塩化ビニルーｄ３）の含有量比及びピーク面積比による検量線を作成する。

備考

１　この測定方法の対象項目は塩化ビニルモノマーである。一般に「塩化ビニル樹脂」が「塩化ビニル」と表記されることがあるため、これと明確に区分することとした。

２　本法は日本工業規格Ｋ0125 の「5.2　ヘッドスペースーガスクロマトグラフ質量分析法」に規定された方法に基づいており、ジクロロメタンやベンゼン等の揮発性有機化合物の標準物質及び必要な内標準物質（フルオロベンゼン、４－ブロモフルオロベンゼン等）を追加し、塩化ビニルの揮発性の高さに留意した試験方法を行うことで同時分析が可能である。ただし、水によく混和し、水からの揮発性の低い１，４－ジオキサンは除く。

３　この測定方法の塩化ビニルの定量下限は 0.2μg／Ｌである。

４　ここに示す商品は、この測定法使用者の便宜のために、一般に入手できるものとして例示したが、これらを推奨するものではない。これと同等以上の品質、性能のものを用いてもよい。

５　この測定方法における用語の定義その他でこの測定方法に定めのない事項については、日本工業規格に定めるところによる。

（参考資料）

環境基準告示及び地下水環境基準告示に規定された検定方法（抜粋）

○水質汚濁に係る環境基準について（昭和 46 年 12 月 28 日　環境庁告示 59 号（最終改正：平成 21 年 11 月 30 日　環境省告示 78 号））

付表７　１，４－ジオキサンの測定方法　（※　活性炭抽出－ガスクロマトグラフ質量分析法）

１　試薬

(1)　水

日本工業規格Ｋ0557 に規定するＡ３又はＡ４のもの（注１）

(2)　アセトン

日本工業規格Ｋ8034 に定めるもの（注１）

(3)　メタノール

日本工業規格Ｋ8891 に定めるもの（注１）

(4)　１，４―ジオキサン

日本工業規格Ｋ8461 に定めるもの

(5)　１，４―ジオキサン標準原液（１g／Ｌ）

１，４―ジオキサン標準物質 100mg を全量フラスコ 100ml に採り、メタノールを標線まで加えたもの（注２）（注３）

(6)　１，４―ジオキサン標準液（100mg／Ｌ）

１，４―ジオキサン標準原液 10ml を全量フラスコ 100ml に採り、メタノールを標線まで加えたもの（注２）

(7)　サロゲート原液（１g／Ｌ）

１，４―ジオキサン―ｄ８標準品 100mg を全量フラスコ 100ml に採り、メタノールを標線まで加えたもの（注２）

(8)　サロゲート溶液（100mg／Ｌ）

サロゲート原液 10ml を全量フラスコ 100ml に採り、水を標線まで加えたもの（注４）

(9)　内標準原液（１g／Ｌ）

メタノール適量及び４―ブロモフルオロベンゼン 100mg を全量フラスコ 100ml に採り、メタノールを標線まで加えたもの（注５）

(10)　内標準液（100mg／Ｌ）

内標準原液 10ml を全量フラスコ 100ml に採り、アセトンを標線まで加えたもの（注２）

（注１）　１，４―ジオキサンを含まないことを確認しておく。

（注２）　暗所－20℃以下で保存する。

（注３）　標準原液はアセトンで調製してもよいが、添加回収試験等で試料に加える標準液に含まれるアセトンの量は、試料体積の 0.005％以下とする（200ml の試料では 10μl 以下）。これを超えると急激に回収率が低下し、0.1％では回収率が 30％程度となる。

（注４）　暗所４℃で保存し保存期間は１ヶ月とする。

（注５）　市販の VOC 用の４―ブロモフルオロベンゼン（1,000mg／Ｌメタノール溶液）を用いてもよい。この場合、暗所－20℃以下で保存する。

２　器具及び装置

(1)　カートリッジ型活性炭カラム

アセトン 20ml 及び水 40ml を順に通水してコンディショニングしたもの（注１）

(2)　カートリッジ型 ODS 又はポリスチレン樹脂充填カラム（注１）（注６）

あらかじめアセトン 10ml と水 20ml で洗浄したもの

(3)　固相抽出装置

加圧通水式のもの（注７）

(4)　ガスクロマトグラフ質量分析計

(a)　キャピラリーカラム

内径 0.25mm、長さ 30m の化学結合型溶融シリカ製のものであつて、内面にポリエチレングリコールを 0.5μm 程度の厚さで被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するもの（注８）

(b)　検出器

選択イオン検出法又はこれと同等の性能を有する方法（注９）でクロマトグラフ測定が可能な四重極型、磁場型又はイオントラップ型のもの

(c)　キャリヤーガス

ヘリウム（99.9999vol%以上）であつて線速度を毎秒 40cm としたもの

(d)　カラム槽昇温プログラム

40℃で１分保ち、40～約 150℃の範囲で毎分５℃の昇温を行うことができるもの

(e)　注入口

温度を 200℃程度に保つことができるもの

(f)　注入部

スプリットレス法により２分後にパージオフできるもの

（注６）　疎水性物質による妨害が認められた場合は、活性炭カラムの上部に装着することにより妨害を取り除くことができる。この方法は、浮遊物質による目詰まり防止に有効である

（注７）　サロゲート物質の回収率が 50～120%で安定的に得られることを確認したうえで、吸引通水式のものを用いてもよい。

（注８）　１，４―ジオキサンの測定には、高極性及び高膜厚のカラムが適している。

（注９）　感度が十分であれば、スキャンニング法が望ましい。

３　試料の採取及び運搬

２回分析ができるように試料 500ml 以上をガラス瓶に入れ、冷蔵状態で梱包して運搬する。

４　試験操作

(1)　前処理

試料水 200ml（注 10）にサロゲート溶液を 50μl 添加して十分混合後、活性炭カートリッジカラムを直列に２本接続（注 11）したものに、毎分 10ml 以下で通過させる（注 12）。次 に、水 10ml でカートリッジを洗浄後、窒素ガスを 20 分以上パージして脱水する（注 13）。溶出は、通水と逆方向にアセトン５ml を毎分１ml で流して行う。得られた溶出液を窒素気流下で１ml に濃縮し、試料処理液とする（注 14）。

(2)　試料液の調製

試料処理液に内標準液を 10μl 加えてガスクロマトグラフ質量分析用試料とする。

(3)　空試験液の調製

水 200ml にサロゲート溶液を 50μl 加えて(1)及び(2)と同様に操作して得られる液を空試験液とする。

(4)　添加回収試験液の調製

水 200ml に所定量の対象物質及びサロゲート溶液 50μl を加えて十分混合後、60 分放置して(1)及び(2)に従つて操作を行い、得られた試料液を添加回収試験液とする（注 15）。

(5)　分析

(a)　表に掲げる質量数を用い、モニターする。

表　質量数

物質名	定量用質量数（確認用質量数）
1，4－ジオキサン	88（58）
1，4－ジオキサン－ｄ８	96（54）
4－ブロモフルオロベンゼン	174（95）

(b)　空試験液、ガスクロマトグラフ質量分析用試料及び添加回収試験液（注 15）を注入して測定を行い、あらかじめ５により作成した検量線を用いて検出量を求め、次式により試料中の濃度を算出する（注 16）。

試料濃度（μg／Ｌ）＝（検出量（μg）－空試験液の検出量（μg））／試料量（Ｌ）

なお、一定時間ごとに検量線の中間濃度の標準液を測定し、期待値の 20%以内の変動であることを確認する。もし、20%を超えていれば、ガスクロマトグラフ質量分析計を再調整後、検量線を作成し直して測定を行う。

(注 10)　装置検出限界が低い場合は、試料量を減らしてもよい。その場合、それに比例してサロゲート及び内標準の添加量を変えること。

(注 11)　１本でサロゲート物質の回収率が 50%を超える場合は、１本でもよい。

(注 12)　通水速度が遅いほど、回収率は向上する。毎分５ml と 10ml では、５ml の回収率が 10～20%良い。

(注 13)　アスピレーターでの吸引や遠心分離等を組み合わせて水を除いてもよい。いずれの方法でも、水分除去が不十分な場合、ピーク形状が不良になり定量精度に影響を及ぼし、脱水し過ぎた場合、揮散ロスを生ずることがあるので 20 分は目安の時間とする。

(注 14)　装置の感度が十分得られる場合は、窒素吹き付けによる濃縮を行わずに、アセトンで５ml 又は 10ml に定容してもよい。

(注 15)　実試料を分析する前に添加回収試験を行い、１，４―ジオキサンの回収率が 70～120%であり、かつサロゲートの回収率が 50～120%であることを確認する。

(注 16)　選択イオン検出法では、対象物質（サロゲート物質）の定量イオン及び確認イオンのピークが、予想保持時間の±５秒以内に出現し、定量イオンと確認イオンのピーク強度比が予想値と±20%以内で一致した場合、物質が存在しているとみなす（最終試料液の濃縮等により、マススペクトルが測定できる場合は、マススペクトルによる確認が望ましい。）。スキャンニング法では、対象物質（サロゲート物質）のピークが、予想保持時間の±５秒以内に出現し、マススペクトルが標準物質のスペクトルと一致した場合、物質が存在しているとみなす。

５　検量線の作成

検量線標準液として使用するために、１，４―ジオキサン標準液を０～200μｌの範囲で段階的に採り、それらにサロゲート溶液を加え５μｇ／ml となるようにし、アセトンで５ml に希釈する。また、サロゲート溶液を０～100μｌの範囲で段階的に採り、それらに内標準液（４―ブロモフルオロベンゼン）を加え１μｇ／ml となるようにし、アセトンで５ml に希釈する。なお、検量線用標準液は、使用時に調製すること。調製した検量線用標準液を、それぞれ１～２μｌずつガスクロマトグラフに注入し、対象物質及びサロゲート物質並びにサロゲート物質及び内標準物質（４―ブロモフルオロベンゼン）のピーク面積比により検量線を作成し、前者を対象物質の定量に、後者をサロゲートの回収率の算出に用いる。

備考

１　この測定方法の定量下限は５μｇ／Ｌである。

２　この測定方法における用語の定義その他でこの測定方法に定めのない事項については、日本工業規格に定めるところによる。

○地下水の水質汚濁に係る環境基準について（平成９年３月 13 日 環境庁告示第 10 号（最終改正：平成 21 年 11 月 30 日　環境省告示第 79 号））

付表　塩化ビニルモノマーの測定方法（※　パージ・トラップ－ガスクロマトグラフ質量分析法）

１ 試薬

(1) 水

規格 K0557 に規定する A３又は A４のもの（A４の水の方が望ましい）（注１）

(2) メタノール

規格 K8891 に定めるもの（注２）

(3) 塩化ビニル標準ガス

純度 99%以上の塩化ビニルモノマーを含むもの

(4) 塩化ビニル標準原液（100μg／ml）

5,000μg の塩化ビニルを含む塩化ビニル標準ガスをガスタイトシリンジに採り、バイアル中のメタノール（あらかじめ 65 ml バイアル中にメタノール 50 ml を入れ、四ふっ化エテン樹脂フィルム、シリコーンゴム栓及びアルミシールで栓をし、ドライアイスにメタノール等を混合した冷媒を用いて冷却したもの）に溶解したもの（注３）（注４）

(5) 塩化ビニル標準液（1μg／ml）

メタノールを 50～90ml 程度入れた 100ml 全量フラスコに、塩化ビニル標準原液 1ml を採り、メタノールで 100ml としたもの

(6) 内標準原液（100μg／ml）

5,000μg の塩化ビニル―ｄ３を含む塩化ビニル―ｄ３標準ガスをガスタイトシリンジに採り、バイアル中のメタノール（あらかじめ 65ml バイアル中にメタノール 50ml を入れ、四ふっ化エテン樹脂フィルム、シリコーンゴム栓及びアルミシールで栓をし、ドライアイスにメタノール等を混合した冷媒を用いて冷却したもの）に溶解したもの（注３）（注４）（注５）

(7) 内標準液（1μg／ml）

メタノールを 50～90 ml 程度入れた 100 ml 全量フラスコに、内標準原液１ml を採り、メタノールで 100 ml としたもの

（注１） 同等な品質に精製が必要な場合には、水１～３Ｌを三角フラスコに採り、これを強く加熱して煮沸し、液量が約１／３になるまで続け、直ちに環境からの汚染がない場所に放置して冷却する（加熱が弱いと十分に揮発性有機化合物を除去することができない。）。また、市販の揮発性有機化合物試験用の水等を用いてもよい。その場合、使用前に空試験を行い、使用の適否を確認する。

（注２）水質試験用、トリハロメタン測定用等を用いてもよい。その場合、使用前に空試験を行い、使用の適否を確認する。

（注３） 濃度保証された市販の分析用標準液等を用いてもよい。

（注４） 使用時に調整する。ただし、調製した標準品を直ちに冷却し、ドライアイスにメタノール等を混合した冷媒を用いた冷却条件下でアンプルに移し、溶封して冷暗所に保存すれば１～３か月は保存できる。それ以上の期間を経過したものは純度を確認してから使用する。

（注５） 塩化ビニルは常温でガス状の物質であり、分析操作で揮散しやすく、測定上の妨害も受けやすいことから、安定同位体標識化合物（塩化ビニル―ｄ３）を内標準物質として用いることとする。塩化ビニル―ｄ３以外に適当な物質があれば内標準物質として用いてもよい。

２ 器具及び装置

(1) 試料容器

40～250ml のガラス製容器でねじぶた付のもの（あらかじめ規格 K0557 に規定する A２又は A３の水で洗浄した後、105±２℃で約３時間加熱し、デシケーター中で放冷する。放冷後、キャップを堅く締め、汚染のない場所に保管する。ねじぶたは四ふっ化エテン樹脂フィルム又は同等の品質のもので内貼り（注６）したものを用いる。）

(2) パージ・トラップ装置（注７）（注８）

(a) パージ容器

0.5～25ml の試料を注入できるガラス容器又はそれに試料導入部をもつもの（あらかじめ規格 K0557 に規定する A２又は A３の水で洗浄した後、105±２℃で約３時間加熱し、デシケーター中で放冷する。）

(b) パージ容器恒温装置

パージ容器を 20～40℃の一定温度に保持できるもの

(c) トラップ用管

内径 0.5～５㎜、長さ 50～300㎜ の石英ガラス管、ステンレス鋼製管又は内面を不活性処理したステンレス鋼製のもの

(d) トラップ管充てん剤

２，６―ジフェニル―１，４-ジフェノキシドポリマー（粒径 177～250μｍ又は 250～500μｍ）を含み、かつ、シリカゲル（粒径 250～500μｍ）、活性炭（粒径 250～500μｍ）又はこれらと同等の性能を持つもの（注９）を含むもの

(e) トラップ管

トラップ管充てん剤をトラップ用管に充てん（注 10）したもの（使用に先立ってヘリウムを毎分 20～40ml で流しながら、トラップ管の再生温度で 30～60 分間加熱する（注 11）。）

(f) トラップ管加熱装置

パージ時にトラップ管を 20～40℃に保ち、さらにトラップ管に捕集した揮発性有機化合物の加熱脱着のために１分間以内に約 180～280℃まで加熱でき、約４分間以上脱着温度を保つことができるもの

(g) パージガス

ヘリウム（純度 99.9999vol％以上）又は窒素（規格 K1107 に規定する高純度窒素１級）（注 12）であって、流量を毎分 20～60ml の範囲で一定に調節したもの

(h) 冷却凝縮装置（注 13）

内径 0.32～0.53㎜ の石英ガラス管又はキャピラリーカラムで、凝縮時に－30℃以下に冷却ができ、かつ、脱着時には１分間以内にカラム槽の温度まで又は 200℃程度に加熱できるもの

(3) ガスクロマトグラフ質量分析計（注 14）

(a) ガスクロマトグラフ

（ア） キャピラリーカラム（注 15）

内径 0.2～0.32㎜、長さ 25m～120m の石英ガラス製、硬質ガラス製又は内面を不活性処理したステンレス鋼製のものであって、内面にフェニルメチルポリシロキサン又はジメチルポリシロキサンを 0.1～３μｍの厚さで被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するもの

（イ） キャリアーガス

ヘリウム（純度 99.9999vol％以上）（注 12）であって、線速度を毎秒 20～40cm としたもの

（ウ） カラム槽昇温プログラム

35～230℃で 0.5℃以内の温度調節の精度があり、昇温が可能なもの（例えば、40℃に約 1 分間保ち、毎分２～10℃で 230℃まで昇温を行うことができるもの）

（エ） インターフェース部

温度を 150～280℃に保つことができるもの

(b) 質量分析計

（ア） 検出器

電子衝撃イオン化（EI 法）が可能で、選択イオン検出法又はこれと同等の分析性能を有する方法でクロマトグラム測定が可能なもの

（イ） イオン源

温度を 150～250℃に保つことができるもの

（注６） 四ふっ化エテン樹脂フィルムは厚さ 50μm 程度のものを使用する。

（注７） あらかじめ装置の取扱説明書等に従って洗浄し、試験操作に支障がないことを確認する。

（注８） パージ・トラップ装置の最適条件は、吸着剤の種類や使用量等によって異なるので、十分な回収が得られる条件をあらかじめ求めておく。パージ条件はトラップ管の破過容量を超えないよう注意する。

（注９） ２，６―ジフェニル―１，４-ジフェノキシドポリマーは、TenaxGC や TenaxTA 等の名称で市販されている。

（注 10） 通常は２，６―ジフェニル―１，４-ジフェノキシドポリマーを単独で用いることもあるが、シリカゲル若しくは活性炭又はシリカゲル及び活性炭を併せて用いてもよい。この場合、あらかじめ対象とする揮発性有機化合物が定量的に吸着、脱着されることを確認しておく。シリカゲルを用いた場合には水分除去の操作を必ず行う。

（注 11） トラップ管は、このほかに試料の測定毎に、再生温度（約 180～280℃）でヘリウムの流量を毎分 20～40ml として、10 分間程度通気する。

（注 12） パージガスやキャリヤーガスから対象とする物質が検出された場合は、モレキュラーシーブ、活性炭、シリカゲル等を充てんした精製管で精製する必要がある。

（注 13） クライオフォーカス装置ともいう。検出ピークを鋭くするためにトラップ管の後段に位置し、トラップ管で加熱脱着した揮発性有機化合物の吸着帯を狭める装置であるが、この装置を用いないで検出ピーク幅を狭める機能を備えているものもある。

（注 14） 用いるガスクロマトグラフ質量分析計やカラムにより最適な条件を設定する。例えば、内標準物質又は揮発性有機化合物を用いて、４に準じて操作をし、0.5ng が検出できる感度に調節しておく。

（注 15） 用いるカラムとしては、この他に内径 0.53mm 以上（例えば、内径が 0.53～0.75mm、長さ 30～120m）のものも使用できる。

３ 試料の採取及び保存

試料容器を採取試料で数回共洗いしてから、試料を泡立てないように静かに採取容器に移し入れ、気泡が残らないように満たして密栓する。試料を運搬する場合には、汚染のない運搬用容器を用いて遮光及び冷蔵する。試験は試料採取後直ちに行う。直ちに行えない場合には、４℃以下の暗所で凍結させないで保存し、できるだけ早く試験する（注 16）。

（注 16） 試料の採取及び保存において、揮発性有機化合物は、揮散、揮発等によって濃度が変化するので注意が必要である。揮発性有機化合物の安定性は物質によって異なるが、試料中の揮発性有機化合物の濃度が低い場合は、試料を暗所で保存する場合でも、物質によっては揮発性有機化合物の濃度が急激に低下するものもある。

４ 試験操作

(1) 測定用試料の調製

試料の適量（0.5～25ml の一定量、例えば５ml）を泡立てないようにパージ容器に全量ピペット等で静かに注入し、内標準液（塩化ビニル―ｄ３）を加えて 0.5μg／L となるようにし、測定用試料とする（注 17）。

(2) 空試験液の調製

試料と同量の水を用いて、(1) と同様に操作して得られる液を空試験液とする（注 17）（注 18）

(3) 添加回収試験液の調製

パージ容器中の試料に塩化ビニル標準液を加えて 0.05～５μg／L とし、さらに内標準液（塩化ビニル―ｄ３）を加えて 0.5μg／Ｌとなるようにして得られる液を添加回収試験液とする（注 17）（注 19）。

(4) 分析

(a) パージ容器をパージ容器恒温装置に入れ、試料の温度を一定（例えば、40℃以下）にする。トラップ管の温度が室温程度であることを確認して、パージガスを一定量通気して対象物質を気相中に移動させてトラップ管に捕集する。

(b) トラップ管を加熱し対象物質を脱着させ、冷却凝縮装置に吸着（注 20）させる。次に、冷却凝縮装置を加熱（注 20）し、対象物質をガスクロマトグラフ質量分析計に導入する。

（ｃ）ガスクロマトグラフ質量分析では、あらかじめ設定した特有の質量数について選択イオン検出法又はこれと同様の方法によって測定を行い、そのクロマトグラムを記録する。特有の質量数の例として、塩化ビニルでは 62、64、内標準（塩化ビニル―ｄ３）では 65、67 がある（注 21）。

(d) 保持時間並びに定量用質量数及び確認用質量数のイオン強度比を確認し、該当するピーク面積を測定する。

(e) 塩化ビニル及び内標準（塩化ビニル―ｄ３）のピーク面積比並びに内標準（塩化ビニル―ｄ３）の添加量から、あらかじめ５により作成した検量線を用いて、塩化ビニルの量を求め、次式によって試料中の塩化ビニル濃度を計算する（注 22）。

濃度（μg／Ｌ）＝（検出量（μg）－空試験液の検出量（μg）／試料量（Ｌ））

（注 17） 装置によっては、パージ容器の代わりバイアルを用いる。測定用試料をバイアル中で調製した場合は、バイアルをパージ・トラップ装置にセットし、パージ・トラップ装置の取扱説明書等に従って操作し、測定用試料の一部又は全量をパージ容器に移し入れる。

（注 18） 空試験値については可能な限り低減化を図る。

（注 19） 試料中の対象物質濃度や試験操作条件に応じて適切な濃度範囲を決める。実試料を分析する前に添加回収試験を行い、塩化ビニルの回収率が 70～120％であることを確認する。

（注 20） 冷却凝縮装置を使用しない場合は、この操作は省略できる。

（注 21） 特有の質量数はイオン強度が大きく、実試料で妨害のないものを設定する。ここで示した例を参考に、最適な質量数を２つ選定し、強度の大きいものを定量用、他方を確認用とする。

（注 22） 塩化ビニルは、その保持時間が加えた内標準（塩化ビニル―ｄ３）と一致し、検量線作成時の保持時間に対して±５秒以内に出現し、かつ、定量イオンと確認イオン強度比が検量線作成時の強度比の±20％以内であれば、測定試料中に存在しているとみなす。

５ 検量線の作成

塩化ビニル標準原液をメタノールで希釈し、0.25～25μg／ml の塩化ビニル標準液を調製する。

４の（1）に従って、試料と同量の水に塩化ビニル標準液を加えて 0.05～５μg／Ｌとし、さらに内標準液（塩化ビニル―ｄ３）を加えて 0.5μg／Ｌとなるようにする（注 19）。

これについて、試料と同様にパージ・トラップーガスクロマトグラフ質量分析計による測定を行い、塩化ビニル及び内標準（塩化ビニル―ｄ３）の含有量比及びピーク面積比による検量線を作成する。

備考

１ この測定方法の対象項目は塩化ビニルモノマーである。一般に「塩化ビニル樹脂」が「塩化ビニル」と表記されることがあるため、これと明確に区分することとした。

２ 本法は規格 K0125 の「5.1 パージ・トラップーガスクロマトグラフ質量分析法」に規定された方法に基づいており、ジクロロメタンやベンゼ ン等の揮発性有機化合物の標準物質及び必要な内標準物質（フルオロベンゼン、４―ブロモフルオロベンゼン等）を追加し、塩化ビニルの揮発性の高さに留意した試験操作を行うことで同時分析が可能である。

３ この測定方法の定量下限は 0.2μg／L である。

４ ここで示す商品は、この測定法使用者の便宜のために、一般に入手できるものとして例示したが、これらを推奨するものではない。これと同等以上の品質、性能のものを用いてもよい。

５ この測定方法における用語の定義その他でこの測定方法に定めのない事項については、規格に定めるところによる。